

27  
Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

10/089,626

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference TU00-0926WO1	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/JP00/07411	International filing date (day/month/year) 24 October 2000 (24.10.00)	Priority date (day/month/year) 22 November 1999 (22.11.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C23C 14/34		
Applicant NIKKO MATERIALS COMPANY, LIMITED		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.

2. This REPORT consists of a total of 3 sheets, including this cover sheet.

☒ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of 2 sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

**RECEIVED**  
JUL 1 1999

Date of submission of the demand 05 March 2001 (05.03.01)	Date of completion of this report 27 November 2001 (27.11.2001)
Name and mailing address of the IPEA/JP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP00/07411

## I. Basis of the report

### 1. With regard to the elements of the international application:\*

- ☐ the international application as originally filed
- ☒ the description:  
 pages \_\_\_\_\_ 1-2,4-10 \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_ 3 \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_ 20 June 2001 (20.06.2001)
- ☒ the claims:  
 pages \_\_\_\_\_ 2 \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, as amended (together with any statement under Article 19  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_ 1,3-5 \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_ 20 June 2001 (20.06.2001)
- ☒ the drawings:  
 pages \_\_\_\_\_ 1,2 \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the sequence listing part of the description:  
 pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

### 2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language \_\_\_\_\_ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

### 3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

### 4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages \_\_\_\_\_
- ☐ the claims, Nos. \_\_\_\_\_
- ☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

### 5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).\*\*

\* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

\*\* Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP 00/07411

**V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement****1. Statement**

Novelty (N)	Claims	1-5	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-5	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-5	YES
	Claims		NO

**2. Citations and explanations**

Claims 1-5

None of the documents cited in the international search report discloses a titanium sputtering target having an oxygen content of less than 20 ppm, and this feature is not obvious to a person skilled in the art.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

特許協力条約に基づく国際出願

願 書

出願人は、この国際出願が特許協力条約に従って処理されることを請求する。

国際出願番号	受理官の記入欄
国際出願日	PCT 24.10.00 受領印
(受付印)	控

出願人又は代理人の登録記号  
(希望する場合、最大12字)

TU00-0926WO1

第 I 欄 発明の名称

スパッタリング用チタンターゲット

第 II 欄 出願人

氏名(名称)及びあて名:(姓・名の順に記載;法人は公式の完全な名称を記載;あて名は郵便番号及び国名も記載)

株式会社 日鉱マテリアルズ

Nikko Materials Company, Limited

〒105-8407 日本国東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

10-1, Toranomom 2-chome, Minato-ku, Tokyo 105-8407, JAPAN

☐ この欄に記載した者は、  
発明者でもある。

電話番号:

03-5573-6564

ファクシミリ番号:

03-5573-6779

加入電話番号:

国籍(国名): 日本国 JAPAN

住所(国名): 日本国 JAPAN

この欄に記載した者は、次の

指定国についての出願人である:

☐ すべての指定国

☒ 米国を除くすべての指定国

☐ 米国のみ

☐ 追記欄に記載した指定国

第 III 欄 その他の出願人又は発明者

氏名(名称)及びあて名:(姓・名の順に記載;法人は公式の完全な名称を記載;あて名は郵便番号及び国名も記載)

福世 秀秋 FUKUYO Hideaki

〒319-1535 日本国茨城県北茨城市華川町白場187番地4

株式会社日鉱マテリアルズ磯原工場内

c/o Isohara Factory of Nikko Materials Company, Limited, 187-4

Usuba, Hanakawa-cho, Kitaibaraki-shi, Ibaraki, 319-1535, Japan

この欄に記載した者は  
次に該当する:

☐ 出願人のみである。

☒ 出願人及び発明者である。

☐ 発明者のみである。  
(ここにレ印を付したときは、以下に記入しないこと)

国籍(国名): 日本国 JAPAN

住所(国名): 日本国 JAPAN

この欄に記載した者は、次の

指定国についての出願人である:

☐ すべての指定国

☐ 米国を除くすべての指定国

☒ 米国のみ

☐ 追記欄に記載した指定国

☒ その他の出願人又は発明者が続集に記載されている。

第 IV 欄 代理人又は共通の代表者、通知のあて名

次に記載された者は、国際機関において出願人のために行動する:

☒ 代理人

☐ 共通の代表者

氏名(名称)及びあて名:(姓・名の順に記載;法人は公式の完全な名称を記載;あて名は郵便番号及び国名も記載)

100093296 弁理士 小越 勇 OGOSHI Isamu

〒105-0003 日本国東京都港区西新橋三丁目4番1号

西新橋佐藤ビル7階 テックロー特許法律事務所

TecLaw Patent & Law Office, Nishi-Shimbashi Sato Bldg., 7F

4-1, Nishi-Shimbashi 3-chome, Minato-ku, Tokyo, 105-0003, JAPAN

電話番号:

03-3432-8291

ファクシミリ番号:

03-3432-8293

加入電話番号:

☐ 通知のためのあて名:代理人又は共通の代表者が選任されておらず、上記枠内に特に通知が送付されるあて名を記載している場合は、レ印を付す。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



この続葉を使用しないときは、この用紙を願書に含めないこと。

氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)

新藤 裕一朗 SHINDO Yuichiro

〒319-1535 日本国茨城県北茨城市華川町白場187番地4

株式会社日鉱マテリアルズ磯原工場内

c/o Isohara Factory of Nikko Materials Company, Limited, 187-4

Usuba, Hanakawa-cho, Kitaibaraki-shi, Ibaraki, 319-1535, Japan

この欄に記載した者は、次に該当する:

- ☐ 出願人のみである。
- ☒ 出願人及び発明者である。
- ☐ 発明者のみである。  
(ここにレ印を付したときは、以下に記入しないこと)

国籍 (国名): 日本国 JAPAN

住所 (国名): 日本国 JAPAN

この欄に記載した者は、次の指定国についての出願人である:

- ☐ すべての指定国 ☐ 米国を除くすべての指定国 ☒ 米国のみ ☐ 追記欄に記載した指定国

氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)

高橋 秀行 TAKAHASHI Hideyuki

〒319-1535 日本国茨城県北茨城市華川町白場187番地4

株式会社日鉱マテリアルズ磯原工場内

c/o Isohara Factory of Nikko Materials Company, Limited, 187-4

Usuba, Hanakawa-cho, Kitaibaraki-shi, Ibaraki, 319-1535, Japan

この欄に記載した者は、次に該当する:

- ☐ 出願人のみである。
- ☒ 出願人及び発明者である。
- ☐ 発明者のみである。  
(ここにレ印を付したときは、以下に記入しないこと)

国籍 (国名): 日本国 JAPAN

住所 (国名): 日本国 JAPAN

この欄に記載した者は、次の指定国についての出願人である:

- ☐ すべての指定国 ☐ 米国を除くすべての指定国 ☒ 米国のみ ☐ 追記欄に記載した指定国

氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)

この欄に記載した者は、次に該当する:

- ☐ 出願人のみである。
- ☐ 出願人及び発明者である。
- ☐ 発明者のみである。  
(ここにレ印を付したときは、以下に記入しないこと)

国籍 (国名):

住所 (国名):

この欄に記載した者は、次の指定国についての出願人である:

- ☐ すべての指定国 ☐ 米国を除くすべての指定国 ☐ 米国のみ ☐ 追記欄に記載した指定国

氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)

この欄に記載した者は、次に該当する:

- ☐ 出願人のみである。
- ☐ 出願人及び発明者である。
- ☐ 発明者のみである。  
(ここにレ印を付したときは、以下に記入しないこと)

国籍 (国名):

住所 (国名):

この欄に記載した者は、次の指定国についての出願人である:

- ☐ すべての指定国 ☐ 米国を除くすべての指定国 ☐ 米国のみ ☐ 追記欄に記載した指定国

☐ その他の出願人又は発明者が他の続葉に記載されている。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

規則 4.9(a)の規定に基づき次の指定を行う（該当する□にレ印を付すこと：少なくとも1つの□にレ印を付すこと）。

以下に記す呼称記号：

- ☐ **AP** **ARIPO** 呼称記号：GH ガーナ Ghana, GM ガンビア Gambia, KE ケニア Kenya, LS レソト Lesotho, MW マラウイ Malawi, SD スーダン Sudan, SZ スワジランド Swaziland, UG ウガンダ Uganda, ZW ジンバブエ Zimbabwe, 及びハラレプロトコルと特許協力条約の締約国である他の国
- ☐ **EA** **ユーラシア** 呼称記号：AM アルメニア Armenia, AZ アゼルバイジャン Azerbaijan, BY ベラルーシ Belarus, KG キルギス Kyrgyzstan, KZ カザフスタン Kazakhstan, MD モルドヴァ Republic of Moldova, RU ロシア Russian Federation, TJ タジキスタン Tajikistan, TM トルクメニスタン Turkmenistan, 及びユーラシア特許条約と特許協力条約の締約国である他の国
- ☐ **EP** **ヨーロッパ** 呼称記号：AT オーストリア Austria, BE ベルギー Belgium, CH and LI スイス及びリヒテンシュタイン Switzerland and Liechtenstein, CY キプロス Cyprus, DE ドイツ Germany, DK デンマーク Denmark, ES スペイン Spain, FI フィンランド Finland, FR フランス France, GB 英国 United Kingdom, GR ギリシャ Greece, IE アイルランド Ireland, IT イタリア Italy, LU ルクセンブルグ Luxembourg, MC モナコ Monaco, NL オランダ Netherlands, PT ポルトガル Portugal, SE スウェーデン Sweden, 及びヨーロッパ特許条約と特許協力条約の締約国である他の国
- ☐ **OA** **OAPI** 呼称記号：BF ブルキナ・ファソ Burkina Faso, BJ ベナン Benin, CF 中央アフリカ Central African Republic, CG コンゴ Congo, CI コートジボアール Côte d'Ivoire, CM カメルーン Cameroon, GA ガボン Gabon, GN ギニア Guinea, GW ギニア・ビサウ Guinea-Bissau, ML マリ Mali, MR モーリタニア Mauritania, NE ニジェール Niger, SN セネガル Senegal, TD チャード Chad, TG トーゴ Togo, 及びアフリカ知的所有権機構のメンバー国と特許協力条約の締約国である他の国（他の種類の保護又は取扱いを求める場合には点線の上に記載する）

以下に記す呼称記号（他の種類の保護又は取扱いを求める場合には点線の上に記載する）

- |  |  |
|--|--|
| <input type="checkbox"/> <b>AL</b> アルバニア Albania                                       | <input type="checkbox"/> <b>LR</b> リベリア Liberia  |
| <input type="checkbox"/> <b>AM</b> アルメニア Armenia                                       | <input type="checkbox"/> <b>LS</b> レソト Lesotho   |
| <input type="checkbox"/> <b>AT</b> オーストリア Austria                                      | <input type="checkbox"/> <b>LT</b> リトアニア Lithuania   |
| <input type="checkbox"/> <b>AU</b> オーストラリア Australia                                   | <input type="checkbox"/> <b>LU</b> ルクセンブルグ Luxembourg  |
| <input type="checkbox"/> <b>AZ</b> アゼルバイジャン Azerbaijan                                 | <input type="checkbox"/> <b>LV</b> ラトヴィア Latvia  |
| <input type="checkbox"/> <b>BA</b> ボスニア・ヘルツェゴヴィナ Bosnia and Herzegovina                | <input type="checkbox"/> <b>MD</b> モルドヴァ Republic of Moldova                                   |
|  | <input type="checkbox"/> <b>MG</b> マダガスカル Madagascar   |
|  | <input type="checkbox"/> <b>MK</b> マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国 The former Yugoslav Republic of Macedonia |
| <input type="checkbox"/> <b>BB</b> バルバドス Barbados                                      | <input type="checkbox"/> <b>MN</b> モンゴル Mongolia   |
| <input type="checkbox"/> <b>BG</b> ブルガリア Bulgaria                                      | <input type="checkbox"/> <b>MW</b> マラウイ Malawi   |
| <input type="checkbox"/> <b>BR</b> ブラジル Brazil   | <input type="checkbox"/> <b>MX</b> メキシコ Mexico   |
| <input type="checkbox"/> <b>BY</b> ベラルーシ Belarus                                       | <input type="checkbox"/> <b>NO</b> ノルウェー Norway  |
| <input type="checkbox"/> <b>CA</b> カナダ Canada  | <input type="checkbox"/> <b>NZ</b> ニュー・ジーランド New Zealand                                       |
| <input type="checkbox"/> <b>CH and LI</b> スイス及びリヒテンシュタイン Switzerland and Liechtenstein | <input type="checkbox"/> <b>PL</b> ポーランド Poland  |
| <input type="checkbox"/> <b>CN</b> 中国 China  | <input type="checkbox"/> <b>PT</b> ポルトガル Portugal  |
| <input type="checkbox"/> <b>CU</b> キューバ Cuba   | <input type="checkbox"/> <b>RO</b> ルーマニア Romania   |
| <input type="checkbox"/> <b>CZ</b> チェコ Czech Republic                                  | <input type="checkbox"/> <b>RU</b> ロシア Russian Federation                                      |
| <input type="checkbox"/> <b>DE</b> ドイツ Germany   | <input type="checkbox"/> <b>SD</b> スーダン Sudan  |
| <input type="checkbox"/> <b>DK</b> デンマーク Denmark                                       | <input type="checkbox"/> <b>SE</b> スウェーデン Sweden   |
| <input type="checkbox"/> <b>EE</b> エストニア Estonia                                       | <input type="checkbox"/> <b>SG</b> シンガポール Singapore  |
| <input type="checkbox"/> <b>ES</b> スペイン Spain  | <input type="checkbox"/> <b>SI</b> スロヴェニア Slovenia   |
| <input type="checkbox"/> <b>FI</b> フィンランド Finland                                      | <input type="checkbox"/> <b>SK</b> スロヴァキア Slovakia   |
| <input type="checkbox"/> <b>GB</b> 英国 United Kingdom                                   | <input type="checkbox"/> <b>SL</b> シェラ・レオネ Sierra Leone  |
| <input type="checkbox"/> <b>GD</b> グレナダ Grenada  | <input type="checkbox"/> <b>TJ</b> タジキスタン Tajikistan   |
| <input type="checkbox"/> <b>GE</b> グルジア Georgia  | <input type="checkbox"/> <b>TM</b> トルクメニスタン Turkmenistan                                       |
| <input type="checkbox"/> <b>GH</b> ガーナ Ghana   | <input type="checkbox"/> <b>TR</b> トルコ Turkey  |
| <input type="checkbox"/> <b>GM</b> ガンビア Gambia   | <input type="checkbox"/> <b>TT</b> トリニダード・トバゴ Trinidad and Tobago                              |
| <input type="checkbox"/> <b>HR</b> クロアチア Croatia                                       | <input type="checkbox"/> <b>UA</b> ウクライナ Ukraine   |
| <input type="checkbox"/> <b>HU</b> ハンガリー Hungary                                       | <input type="checkbox"/> <b>UG</b> ウガンダ Uganda   |
| <input type="checkbox"/> <b>ID</b> インドネシア Indonesia                                    | <input checked="" type="checkbox"/> <b>US</b> 米国 United States of America                      |
| <input type="checkbox"/> <b>IL</b> イスラエル Israel  |  |
| <input type="checkbox"/> <b>IN</b> インド India   | <input type="checkbox"/> <b>UZ</b> ウズベキスタン Uzbekistan  |
| <input type="checkbox"/> <b>IS</b> アイスランド Iceland                                      | <input type="checkbox"/> <b>VN</b> ヴィエトナム Viet Nam   |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>JP</b> 日本 Japan                                 | <input type="checkbox"/> <b>YU</b> ユーゴスラヴィア Yugoslavia   |
| <input type="checkbox"/> <b>KE</b> ケニア Kenya   | <input type="checkbox"/> <b>ZW</b> ジンバブエ Zimbabwe  |
| <input type="checkbox"/> <b>KG</b> キルギス Kyrgyzstan                                     |  |
| <input type="checkbox"/> <b>KP</b> 北朝鮮 Democratic People's Republic of Korea           |  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>KR</b> 韓国 Republic of Korea                     |  |
| <input type="checkbox"/> <b>KZ</b> カザフスタン Kazakhstan                                   |  |
| <input type="checkbox"/> <b>LC</b> セント・ルシア Saint Lucia                                 |  |
| <input type="checkbox"/> <b>LK</b> スリ・ランカ Sri Lanka                                    |  |

下の□は、この様式の施行後に特許協力条約の締約国となった国を指定（国内特許のために）するためのものである

- ☐ \_\_\_\_\_
- ☐ \_\_\_\_\_
- ☐ \_\_\_\_\_

指定の確認の宣言：出願人は、上記の指定に加えて、規則 4.9(b)の規定に基づき、特許協力条約の下で認められる他の全ての国の指定を行う。ただし、この宣言から除く旨の表示を追記欄にした国は、指定から除かれる。出願人は、これらの追加される指定が確認を条件としていること、並びに優先日から15月が経過する前にその確認がなされない指定は、この期間の経過時に、出願人によって取り下げられたものとみなされることを宣言する。（指定の確認は、指定を特許する通知の提出と指定手数料及び確認手数料の納付からなる。この確認は、優先日から15月以内に受理官庁へ提出しなければならない。）

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

第VI欄 優先権主張 ☐ 他の優先権の主張（先の出願）が追記欄に記載されている

先の出願日 (日、月、年)	先の出願番号	先の出願		
		国内出願：国名	広域出願：*広域官庁名	国際出願：受理官庁名
(1) 22.11.99	特願平11-331073	日本国 Japan		
(2)				
(3)				

☐ 上記( )の番号の先の出願（ただし、本国際出願が提出される受理官庁に対して提出されたものに限る）のうち、次の( )の番号のものについては、出願書類の認証謄本を作成し国際事務局へ送付することを、受理官庁（日本国特許庁の長官）に対して請求している。 (1)

\* 先の出願が、ARIPOの特許出願である場合には、その先の出願を行った工業所有権の保護のためのパリ条約同盟国の少なくとも1ヶ国を追記欄に表示しなければならない（規則4.10(b)(ii)）。追記欄を参照。

第VII欄 国際調査機関

国際調査機関（ISA）の選択	先の調査結果の利用請求；当該調査の照会（先の調査が、国際調査機関によって既に実施又は請求されている場合）
ISA/J P	出願日（日、月、年） 出願番号 国名（又は広域官庁）

第VIII欄 照合欄：出願の言語


この国際出願の用紙の枚数は次のとおりである。	この国際出願には、以下にチェックした書類が添付されている。
願書 ..... 4 枚	1. <input checked="" type="checkbox"/> 手数料計算用紙
明細書（配列表を除く）..... 8 枚	<input checked="" type="checkbox"/> 納付する手数料に相当する特許印紙を貼付した書面
請求の範囲 ..... 1 枚	<input checked="" type="checkbox"/> 国際事務局の口座への振込みを証明する書面
要約 ..... 1 枚	2. <input checked="" type="checkbox"/> 別個の記名押印された委任状
図面 ..... 2 枚	3. <input checked="" type="checkbox"/> 包括委任状の写し
明細書の配列表 ..... 枚	4. <input type="checkbox"/> 記名押印（署名）の説明書
合計 16 枚	5. <input type="checkbox"/> 優先権書類（上記第VI欄の( )の番号を記載する）
	6. <input type="checkbox"/> 国際出願の翻訳文（翻訳に使用した言語名を記載する）
	7. <input type="checkbox"/> 寄託した微生物又は他の生物材料に関する書面
	8. <input type="checkbox"/> スクレオチド又はアミノ酸配列表（フレキシブルディスク）
	9. <input type="checkbox"/> その他（書類名を詳細に記載する）

要約書とともに提示する図面： 本国際出願の使用言語名： 日本語

第IX欄 提出者の記名押印

各人の氏名（名称）を記載し、その次に押印する。

小 越 勇



受理官庁記入欄	
1. 国際出願として提出された書類の実際の受理の日	2. 図面
3. 国際出願として提出された書類を補充する書類又は図面であって その後期間内に提出されたものの実際の受理の日（訂正日）	<input type="checkbox"/> 受理された
4. 特許協力条約第11条(2)に基づく必要な補充の期間内の受理の日	<input type="checkbox"/> 不足図面がある
5. 出願人により特定された 国際調査機関 ISA/J P	6. <input type="checkbox"/> 調査手数料未払いにつき、国際調査機関に調査用写しを送付していない

国際事務局記入欄

記録原本の受理の日

様式PCT/RO/101 (最終用紙) (1998年7月：再版1999年1月)

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

特許協力条約に基づく国際出願  
国際予備審査請求書



第 II 章

出願人は、次の国際出願が特許協力条約に従って国際予備審査の対象とされることを請求し、  
選抜資格のある全ての国を選択する。ただし、特段の表示がある場合を除く。



国際予備審査機関の承認		請求書の受理の日	
第 I 欄 国際出願の表示		出願人又は代理人の書類記号 1000-0926701	
国際出願番号 PCT/JP00/07411	国際出願日 (日. 月. 年) 24.10.00	優先日 (最先のもの) (日. 月. 年) 22.11.99	
発明の名称 スパッタリング用チタンターゲット			
第 II 欄 出願人		電話番号: 03-5573-6564	
氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)  株式会社 日鉱マテリアルズ Nikko Materials Company, Limited 〒105-8407 日本国東京都港区虎ノ門二丁目10番1号 10-1 Toranomom 2-chome Minato-ku, Tokyo 105-8407, JAPAN		ファクシミリ番号: 03-5573-6779	
		加入電信番号:	
国籍 (国名): 日本国 JAPAN	住所 (国名): 日本国 JAPAN		
氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)  福世 秀秋 FUKUYO Hideaki 〒319-1535 日本国茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株式会社日鉱マテリアルズ磯原工場内 c/o Isohara Factory of Nikko Materials Company, Limited, 187-4 Usuba, Hanakawa-cho, Kitaibaraki-shi, Ibaraki, 319-1535, Japan			
国籍 (国名): 日本国 JAPAN	住所 (国名): 日本国 JAPAN		
氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)  新藤 裕一郎 SHINDO Yuichiro 〒319-1535 日本国茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株式会社日鉱マテリアルズ磯原工場内 c/o Isohara Factory of Nikko Materials Company, Limited, 187-4 Usuba, Hanakawa-cho, Kitaibaraki-shi, Ibaraki, 319-1535, Japan			
国籍 (国名): 日本国 JAPAN	住所 (国名): 日本国 JAPAN		
<input checked="" type="checkbox"/> その他の出願人が続表に記載されている。			

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



第II欄の宛先 出願人

この第II欄の宛先を使用しないときは、この用紙を国際予備審査請求書に含めないこと。

氏名（名称）及びあて名：（姓・名の順に記載；法人は公式の完全な名称を記載；あて名は郵便番号及び国名も記載）

高橋 秀行 TAKAHASHI Hideyuki

〒319-1535 日本国茨城県北茨城市華川町白場187番地4

株式会社日鉱マテリアルズ磯原工場内

c/o Isohara Factory of Nikko Materials Company, Limited, 187-4

Usuba, Hanakawa-cho, Kitaibaraki-shi, Ibaraki, 319-1535, Japan

国籍（国名）： 日本国 JAPAN

住所（国名）： 日本国 JAPAN

氏名（名称）及びあて名：（姓・名の順に記載；法人は公式の完全な名称を記載；あて名は郵便番号及び国名も記載）

国籍（国名）：

住所（国名）：

氏名（名称）及びあて名：（姓・名の順に記載；法人は公式の完全な名称を記載；あて名は郵便番号及び国名も記載）

国籍（国名）：

住所（国名）：

氏名（名称）及びあて名：（姓・名の順に記載；法人は公式の完全な名称を記載；あて名は郵便番号及び国名も記載）

国籍（国名）：

住所（国名）：



その他の出願人が他の続葉に記載されている。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## 第 III 欄 代理人又は共通の代表者、通知のあて名

下記に記載された者は、☒ 代理人 又は ☐ 共通の代表者 として

☒ 既に選任された者であって、国際予備審査についても出願人を代理する者である。

☐ 今回新たに選任された者である。先に選任されていた代理人又は共通の代表者は解任された。

☐ 既に選任された代理人又は共通の代表者に加えて、特に国際予備審査機関に対する手続きのために、今回新たに選任された者である。

氏名（名称）及びあて名：（姓・名の順に記載；法人は公式の完全な名称を記載；あて名は郵便番号及び国名も記載）

100093296 弁理士 小越 勇 OGOSHI Isamu

〒105-0003 日本国東京都港区西新橋三丁目4番1号

西新橋佐藤ビル7階 テックロー特許法律事務所

TecLaw Patent & Law Office Nishi-Shimbashi Sato Bldg., 7F

4-1, Nishi-Shimbashi 3-chome, Minato-ku, Tokyo, 105-0003, JAPAN

電話番号：

03-5777-1662

ファクシミリ番号：

03-5777-1660

加入電話番号：

☐ 通知のためのあて名：代理人又は共通の代表者が選任されておらず、上記枠内に特に通知が送付されるあて名を記載している場合は、レ印を付す

## 第 IV 欄 国際予備審査に対する基本事項

補正に関する記述：\*

1. 出願人は、次のものを基礎として国際予備審査を開始することを希望する。

☒ 出願時の国際出願を基礎とすること。

☐ 明細書に関して

☐ 出願時のものを基礎とすること。

☐ 特許協力条約第34条の規定に基づいてなされた補正を基礎とすること。

☐ 請求の範囲に関して

☐ 出願時のものを基礎とすること。

☐ 特許協力条約第19条の規定に基づいてなされた補正（添付した説明書も含む）を基礎とすること。

☐ 特許協力条約第34条の規定に基づいてなされた補正を基礎とすること。

☐ 図面に関して

☐ 出願時のものを基礎とすること。

☐ 特許協力条約第34条の規定に基づいてなされた補正を基礎とすること。

2. ☐ 出願人は、特許協力条約第19条の規定に基づく請求の範囲に関する補正を差し替えることによって考慮されることを望む。

3. ☐ 出願人は、国際予備審査の開始が優先日から20月経過後まで延期されることを望む（ただし、国際予備審査機関が、特許協力条約第19条の規定に基づき行われた補正書の写しの受領、又は当該補正を希望しない旨の出願人からの通知を受領した場合を除く（規則69.1(d)）。  
（この口は、特許協力条約第19条の規定に基づく期間が満了していない場合にのみ、レ印を付すことができる。）

\* 記入がない場合は、1) 補正がないか又は国際予備審査機関が補正（原本又は写し）を受領していないときは、出願時の国際出願を基礎に予備審査が開始され、2) 国際予備審査機関が、見解書又は予備審査報告書の作成開始前に補正（原本又は写し）を受領したときは、これらの補正を考慮して予備審査が開始又は続行される。

国際予備審査を行うための言語は、日本語であり、

☒ 国際出願の提出時の言語である。

☐ 国際審査のために提出した翻訳文の言語である。

☐ 国際出願の公開の言語である。

☐ 国際予備審査の目的のために提出した翻訳文の言語である。

## 第 V 欄 国の選択

出願人は、選択資格のある全ての指定国（即ち、既に出願人によって指定されており、かつ特許協力条約第II章に拘束されている国）を選択する。

ただし、出願人は次の国の選択を希望しない。： .....

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## 第VI欄 異議合欄

この国際予備審査請求書には、国際予備審査のために、第IVに記載する言語による書類が添付されている。

1. 国際出願の翻訳文 . . . . . 枚
2. 特許協力条約第34条の規定に基づく補正書 . . . . . 枚
3. 特許協力条約第19条の規定に基づく補正書  
(又は、要求された場合は翻訳文)の写し . . . . . 枚
4. 特許協力条約第19条の規定に基づく説明書  
(又は、要求された場合は翻訳文)の写し . . . . . 枚
5. 要簡 . . . . . 枚
6. その他 (書類名を具体的に記載する) : . . . . . 枚

## 国際予備審査請求書添付書類記入欄

受 領

未 受 領

☐☐☐☐☐☐☐☐☐☐☐☐

この国際予備審査請求書には、さらに下記の書類が添付されている。

1. ☒ 手数料計算用紙
2. ☐ 別個の記名押印された委任状
3. ☐ 包括委任状の写し
4. ☐ 記名押印 (署名) に関する説明書
5. ☐ スクロシオチド又はアミノ酸配列表  
(スクレキシブルディスク)
6. ☐ その他 (書類名を具体的に記載する) :

## 第VII欄 提出者の記名押印

各人の氏名 (名称) を記載し、その次に押印する。

小 越 勇



## 国際予備審査請求書添付書類記入欄

1. 国際予備審査請求書の実際の受理の日

2. 規則 60.1 (b) の規定による国際予備審査請求書の受理の日の訂正後の日付

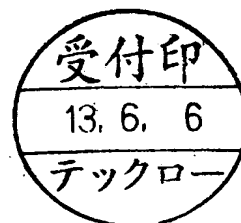
3. ☐ 優先日から19月を経過後の国際予備審査請求書の受理。ただし、以下の4、5の項目にはあてはまらない。☐ 出願人に通知した。4. ☐ 規則 80.5 により延長が認められている優先日から19月の期間内の国際予備審査請求書の受理5. ☐ 優先日から19月を経過後の国際予備審査請求書の受理であるが規則 82 により認められる。

## 国際予備審査請求書添付書類記入欄

国際予備審査請求書の国際予備審査機関からの受領の日:

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

発信人 日本国特許庁（国際予備審査機関）



出願人代理人

小越 勇

殿

あて名

〒 105-0003

東京都港区西新橋3丁目4番1号

西新橋佐藤ビル7階 テックロー特許法律事務所

PCT見解書

(法第13条)

[PCT規則66]

 発送日  
(日. 月. 年)

05.06.01

出願人又は代理人

の書類記号 TU00-0926WO1

応答期間

上記発送日から 2 月以内

国際出願番号

PCT/J P00/07411

国際出願日

(日. 月. 年) 24. 10. 00

優先日

(日. 月. 年) 22. 11. 99

国際特許分類 (IPC)

Int. Cl. C23C14/34

出願人 (氏名又は名称)

株式会社 日鉱マテリアルズ

1. これは、この国際予備審査機関が作成した 1 回目の見解書である。
2. この見解書は、次の内容を含む。
- I ☒ 見解の基礎
  - II ☐ 優先権
  - III ☐ 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解の不作成
  - IV ☐ 発明の単一性の欠如
  - V ☒ 法第13条 (PCT規則66.2(a)(ii)) に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明
  - VI ☐ ある種の引用文献
  - VII ☐ 国際出願の不備
  - VIII ☐ 国際出願に対する意見
3. 出願人は、この見解書に応答することが求められる。
- いつ? 上記応答期間を参照すること。この応答期間に間に合わないときは、出願人は、法第13条 (PCT規則66.2(d)) に規定するとおり、その期間の経過前に国際予備審査機関に期間延長を請求することができる。ただし、期間延長が認められるのは合理的な理由があり、かつスケジュールに余裕がある場合に限られることに注意されたい。
- どのように? 法第13条 (PCT規則66.3) の規定に従い、答弁書及び必要な場合には、補正書を提出する。補正書の様式及び言語については、法施行規則第62条 (PCT規則66.8及び66.9) を参照すること。
- なお 補正書を提出する追加の機会については、法施行規則第61条の2 (PCT規則66.4) を参照すること。補正書及び/又は答弁書の審査官による考慮については、PCT規則66.4の2を参照すること。審査官との非公式の連絡については、PCT規則66.6を参照すること。
- 応答がないときは、国際予備審査報告は、この見解書に基づき作成される。
4. 国際予備審査報告作成の最終期限は、PCT規則69.2の規定により 22. 03. 02 である。

名称及びあて先

日本国特許庁 (IPEA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

瀬良 聡機

4 G

9046

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



## I. 見解の基礎

1. この見解書は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に応答するために提出された差替え用紙は、この見解書において「出願時」とする。)

☒ 出願時の国際出願書類

- ☐ 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ、 出願時に提出されたもの  
 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 出願時に提出されたもの  
 請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 PCT19条の規定に基づき補正されたもの  
 請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
 請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 出願時に提出されたもの  
 図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
 図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 出願時に提出されたもの  
 明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
 明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である \_\_\_\_\_ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語  
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語  
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語

3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき見解書を作成した。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表  
☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった  
☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ  
☐ 請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項  
☐ 図面 図面の第 \_\_\_\_\_ ページ/図

5. ☐ この見解書は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c))

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第13条（PCT規則66.2(a)(ii)に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性 (N)	請求の範囲	1 - 4	有
	請求の範囲		無
進歩性 (IS)	請求の範囲	2	有
	請求の範囲	1, 3 - 4	無
産業上の利用可能性 (IA)	請求の範囲	1 - 4	有
	請求の範囲		無

2. 文献及び説明

請求の範囲1は、国際調査報告で引用された文献1（JP6-280009, A（三菱マテリアル株式会社）04.10月.1994（04.10.94）請求項1, 実施例1）に記載された、パーティクルを大幅に低下させたスパッタリング用チタンターゲット（酸素含有量が20ppm、最大結晶粒径が29 $\mu$ m）に関する技術的事項と、結晶粒径が小さいほどパーティクルの発生が抑制されるというスパッタリングターゲット分野の技術常識とから進歩性がない。

請求の範囲3は、国際調査報告で引用された文献1、ヴィッカーズ硬度を120以下、ナトリウム、カリウムを0.1ppm以下、ウラン、トリウム1ppb以下に限定し、形成膜中の不純物低減によって半導体素子への悪影響が防止できる、スパッタリング用チタンターゲットに関する文献2（東芝技術公開集, 第13巻, 第79号,（10月.1995）梅木武則「スパッタリングターゲット」p.43-46）の記載及び上記技術常識から進歩性がない。

請求の範囲4は、国際調査報告で引用された文献1、ヴィッカーズ硬度を120以下、ナトリウム、カリウムを0.1ppm以下、ウラン、トリウム1ppb以下に限定し、形成膜中の不純物低減によって半導体素子への悪影響が防止できる、スパッタリング用チタンターゲットに関する文献2、熔融塩電解に続くEB溶解によって形成し、ナトリウム、カリウム0.1ppm以下、重金属不純物各1ppm以下、ウラン、トリウム1ppb以下に限定し形成膜中の不純物低減によって半導体素子への悪影響が防止できる、高純度チタン材からなるスパッタリング用ターゲットに関する文献3（JP62-280335, A（株式会社 東芝）05.12月.1987（05.12.87）第2頁上欄、実施例）の記載、及び上記技術常識から進歩性がない。

**THIS PAGE BLANK (03-10)**



## P C T

## 国際調査報告

(法 8 条、法施行規則第40、41条)  
〔P C T 1 8 条、P C T 規則43、44〕

出願人又は代理人 の書類記号 TU00-0926W01	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(P C T / I S A / 2 2 0) 及び下記 5 を参照すること。	
国際出願番号 P C T / J P 0 0 / 0 7 4 1 1	国際出願日 (日.月.年) 2 4 . 1 0 . 0 0	優先日 (日.月.年) 2 2 . 1 1 . 9 9
出願人 (氏名又は名称) 株式会社 日鉱マテリアズ		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条 (P C T 1 8 条) の規定に従い出願人に送付する。  
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 3 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

## 1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない (第 I 欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している (第 II 欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第 III 欄に示されているように、法施行規則第47条 (P C T 規則38.2(b)) の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から 1 カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 1 図とする。 ☐ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☒ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. <sup>7</sup> C23C14/34

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. <sup>7</sup> C23C14/00-14/58

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2000年

日本国登録実用新案公報 1994-2000年

日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JOIS [結晶粒径\*ターゲット]

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 6-280009, A (三菱マテリアル株式会社) 04. 10月. 1994 (04. 10. 94) 請求項1, 実施例1 (ファミリーなし)	1-4
Y	JP 11-229130, A (マテリアルズ リサーチ コーポレーション) 24. 8月. 1999 (24. 08. 99) 請求項3 (ファミリーなし)	1-4
Y	東芝技術公開集, 第13巻, 第79号, (10月. 1995) 梅木武則「スパッタリングターゲット」p. 43-46	3, 4

☒ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

16. 01. 01

国際調査報告の発送日

30.01.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

瀬良 聡機



4G

9046

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



C (続き) 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 62-280335, A (株式会社 東芝) 05. 12月. 1987 (05. 12. 87) 請求項1, 2 (ファミリーなし)	4
Y A	JP 10-8245, A (住友シチックス株式会社) 13. 1月. 1998 (13. 01. 98) 請求項1, 段落番号32, 33, 34, 表1 (ファミリーなし)	4 2
Y	EP, 0408383, A1 (KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA) 16. 1月. 1991 (16. 01. 91) Claims1, 第3頁第24~33行 & J.P, 7-240391, A (株式会社 東芝) 12. 9月. 1995 (12. 09. 95) 請求項1, 段落番号13 & US, 5204057, A	4

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

特 許 協 力 条 約

発信人 日本国特許庁（国際予備審査機関）

出願人代理人

あて名 小越 勇 殿  
〒 105-0003  
東京都港区西新橋3丁目4番1号  
西新橋佐藤ビル7階 テックロー特許法律事務所

PCT

国際予備審査報告の送付の通知書

（法施行規則第57条）  
〔PCT規則71.1〕

発送日  
（日・月・年）

11.12.01

出願人又は代理人  
の書類記号 TU00-0926WO1

重要な通知

国際出願番号  
PCT/JP00/07411

国際出願日  
（日・月・年） 24. 10. 00

優先日  
（日・月・年） 22. 11. 99

出願人（氏名又は名称）  
株式会社 日鉱マテリアルズ

1. 国際予備審査機関は、この国際出願に関して国際予備審査報告及び付属書類が作成されている場合には、それらをこの送付書とともに送付することを、出願人に通知する。
2. 国際予備審査報告及び付属書類が作成されている場合には、すべての選択官庁に通知するために、それらの写しを国際事務局に送付する。
3. 選択官庁から要求があったときは、国際事務局は国際予備審査報告（付属書類を除く）の英語の翻訳文を作成し、それをその選択官庁に送付する。

4. 注 意

出願人は、各選択官庁に対し優先日から30月以内に（官庁によってはもっと遅く）所定の手続（翻訳文の提出及び国内手数料の支払い）をしなければならない（PCT39条（1））（様式PCT/IB/301とともに国際事務局から送付された注を参照）。

国際出願の翻訳文が選択官庁に提出された場合には、その翻訳文は、国際予備審査報告の付属書類の翻訳文を含まなければならない。

この翻訳文を作成し、関係する選択官庁に直接送付するのは出願人の責任である。

選択官庁が適用する期間及び要件の詳細については、PCT出願人の手引き第Ⅱ巻を参照すること。

名称及びあて名  
日本国特許庁（IPEA/JP）  
郵便番号100-8915  
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

権限のある職員  
特 許 庁 長 官

4 G 9 0 4 6

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

特 許 協 力 条 約

P C T

国際予備審査報告

(法第12条、法施行規則第56条)  
(PCT36条及びPCT規則70)

出願人又は代理人 の書類記号 TU00-0926WO1	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知(様式PCT/ IPEA/416)を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO0/07411	国際出願日 (日.月.年) 24.10.00	優先日 (日.月.年) 22.11.99
国際特許分類(IPC) Int. Cl. C23C14/34		
出願人(氏名又は名称) 株式会社 日鉱マテリアルズ		

1. 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条(PCT36条)の規定に従い送付する。
2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 3 ページからなる。  <input checked="" type="checkbox"/> この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面も添付されている。 (PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照) この附属書類は、全部で 2 ページである。
3. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。  I <input checked="" type="checkbox"/> 国際予備審査報告の基礎 II <input type="checkbox"/> 優先権 III <input type="checkbox"/> 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成 IV <input type="checkbox"/> 発明の単一性の欠如 V <input checked="" type="checkbox"/> PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明 VI <input type="checkbox"/> ある種の引用文献 VII <input type="checkbox"/> 国際出願の不備 VIII <input type="checkbox"/> 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 05.03.01	国際予備審査報告を作成した日 27.11.01	
名称及びあて先 日本国特許庁(IPEA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官(権限のある職員) 瀬良 聡機 電話番号 03-3581-1101 内線 3416	4G 9046

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## I. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に  
 応答するために提出された差し替え用紙は、この報告書において「出願時」とし、本報告書には添付しない。  
 PCT規則70.16, 70.17)

☐ 出願時の国際出願書類

- |                                     |            |   |           |                    |                         |
|-------------------------------------|------------|---|-----------|--------------------|-------------------------|
| <input checked="" type="checkbox"/> | 明細書        | 第 | 1-2, 4-10 | ページ、               | 出願時に提出されたもの             |
|                                     | 明細書        | 第 |           | ページ、               | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの    |
|                                     | 明細書        | 第 | 3         | ページ、               | 20.06.01 付の書簡と共に提出されたもの |
| <input checked="" type="checkbox"/> | 請求の範囲      | 第 | 2         | 項、                 | 出願時に提出されたもの             |
|                                     | 請求の範囲      | 第 |           | 項、                 | PCT19条の規定に基づき補正されたもの    |
|                                     | 請求の範囲      | 第 |           | 項、                 | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの    |
|                                     | 請求の範囲      | 第 | 1, 3-5    | 項、                 | 20.06.01 付の書簡と共に提出されたもの |
| <input checked="" type="checkbox"/> | 図面         | 第 | 1, 2      | <del>ページ</del> /図、 | 出願時に提出されたもの             |
|                                     | 図面         | 第 |           | ページ/図、             | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの    |
|                                     | 図面         | 第 |           | ページ/図、             | 付の書簡と共に提出されたもの          |
| <input type="checkbox"/>            | 明細書の配列表の部分 | 第 |           | ページ、               | 出願時に提出されたもの             |
|                                     | 明細書の配列表の部分 | 第 |           | ページ、               | 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの    |
|                                     | 明細書の配列表の部分 | 第 |           | ページ、               | 付の書簡と共に提出されたもの          |

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である \_\_\_\_\_ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語
- ☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語
- ☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語
3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表
- ☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
- ☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表
- ☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
- ☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった
- ☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ
- ☐ 請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項
- ☐ 図面 図面の第 \_\_\_\_\_ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならない、本報告に添付する。)

**THIS PAGE BLANK (CSP10)**



V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条（PCT35条(2)）に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性 (N)

請求の範囲

1-5

有

請求の範囲

無

進歩性 (IS)

請求の範囲

1-5

有

請求の範囲

無

産業上の利用可能性 (IA)

請求の範囲

1-5

有

請求の範囲

無

2. 文献及び説明 (PCT規則70.7)

請求の範囲1-5について

スパッタリング用チタンターゲットに含有する酸素が20ppm未満である点は、国際調査報告に列記されたいずれの文献にも記載されておらず、当業者にとって自明のものでもない。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

# PATENT COOPERATION TREATY

PCT

## NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Commissioner  
US Department of Commerce  
United States Patent and Trademark  
Office, PCT  
2011 South Clark Place Room  
CP2/5C24  
Arlington, VA 22202  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing: 31 May 2001 (31.05.01)	
International application No.: PCT/JP00/07411	Applicant's or agent's file reference: TU00-0926WO1
International filing date: 24 October 2000 (24.10.00)	Priority date: 22 November 1999 (22.11.99)
Applicant: FUKUYO, Hideaki et al	

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International preliminary Examining Authority on:  
05 March 2001 (05.03.01)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was  
☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

<p>The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland</p> <p>Facsimile No.: (41-22) 740.14.35</p>	<p>Authorized officer:</p> <p>J. Zahra</p> <p>Telephone No.: (41-22) 338.83.38</p>
--	--

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## 明 細 書

## スパッタリング用チタンターゲット

## 技術分野

本発明は、スパッタリング用チタンターゲットに含有する酸素、窒素、水素等のガス成分の不純物濃度を著しく低減させ、成膜時のパーティクルの発生を効果的に抑えることのできる高品質のスパッタリング用チタンターゲットに関する。

なお、本明細書中に記載する酸素、窒素、水素等のガス成分の不純物濃度については全てmass%で表示する。

## 背景技術

近年、半導体の飛躍的な進歩に端を発して様々な電子機器が生まれ、さらにその性能の向上と新しい機器の開発が日々刻々なされている。

このような中で、電子、デバイス機器がより微小化し、かつ集積度が高まる方向にある。これら多くの製造工程の中で多数の薄膜が形成されるが、チタンもその特異な金属的性質からチタン及びその合金膜、チタンシリサイド膜、あるいは窒化チタン膜などとして、多くの電子機器薄膜の形成に利用されている。

このようなチタン（合金、化合物を含む）の薄膜を形成する場合に、注意を要することは、それ自体が極めて高い純度を必要とすることである。

半導体装置等に使用される薄膜派は一層薄くかつ短小化される方向にあり、相互間の距離が極めて小さく集積密度が向上しているために、薄膜を構成する物質あるいはその薄膜に含まれる不純物が隣接する薄膜に拡散するという問題が発生する。これにより、自膜及び隣接膜の構成物質のバランスが崩れ、本来所有していなければならない膜の機能が低下するという大きな問題が起こる。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

このような薄膜の製造工程において、数百度に加熱される場合があり、また半導体装置を組み込んだ電子機器の使用中でも温度が上昇する。このような温度上昇は前記物質の拡散速度をさらに上げ、拡散による電子機器の機能低下に大きな問題を生ずることとなる。

また、一般に上記のチタン及びその合金膜、チタンシリサイド膜、あるいは窒化チタン膜等はスパッタリングや真空蒸着などの物理的蒸着法により形成することができる。この中で最も広範囲に使用されているスパッタリング法について説明する。このスパッタリング法は陰極に設置したターゲットに、 $Ar^{+}$ などの正イオンを物理的に衝突させてターゲットを構成する金属原子をその衝突エネルギーで放出させる手法である。

窒化物を形成するにはターゲットとしてチタンまたはその合金（TiAl合金など）を使用し、アルゴンガスと窒素の混合ガス雰囲気中でスパッタリングすることによって形成することができる。

このスパッタリング膜の形成に際して、チタン（合金・化合物を含む）ターゲットに不純物が存在すると、スパッタチャンバ内に浮遊する粗大化した粒子が基板上に付着して薄膜回路を断線または短絡させたり、薄膜の突起物の原因となるパーティクルの発生量が増し、またガス成分である酸素、水素、窒素等が存在するとスパッタリング中に、該ガスによる突発が原因と考えられる異常放電を起こし、均一な膜が形成されないという問題が発生する。

このようなことから、従来不純物となる遷移金属、高融点金属、アルカリ金属、アルカリ土類金属またはその他の金属を低減させる必要があることはいうまでもないが、これらの元素を可能な限り低減させても上記のようなパーティクルの発生があり、根本的な解決策を見出していないのが現状である。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



また、チタン薄膜は窒化チタンTi—N膜を形成する場合のパーティクル発生防止用ペースティング層として使用することがあるが、膜が硬くて十分な接着強度が得られず、成膜装置内壁または部品から剥がれてしまいペースティング層としての役割をせず、パーティクル発生原因となるという問題があった。

#### 発明の開示

本発明は、上記の諸問題点の解決、特にパーティクルや異常放電現象が発生せず、汚染物質が少なく、かつ軟質のスパッタリング用チタンターゲットを提供することを目的としたものである。

本発明は、1) スパッタリング用チタンターゲットに含有する酸素が20ppm以下であり、該ターゲットの平均結晶粒径が20μm以下であることを特徴とするスパッタリング用チタンターゲット、2) スパッタリング用チタンターゲットに含有する酸素、窒素、水素等のガス成分の不純物濃度が20ppm以下であることを特徴とするスパッタリング用チタンターゲット、3) ヴィッカース硬度(Vs)が120以下であることを特徴とする1)又は2)に記載のスパッタリング用チタンターゲット、4) Na、K等のアルカリ金属、アルカリ土類金属の総含有量が5ppm以下、重金属および軽金属の総含有量が10ppm以下、U、Th等の放射性元素の総含有量が1ppb以下であることを特徴とする1)～3)のそれぞれに記載のスパッタリング用チタンターゲット、を提供する。

#### 図面の簡単な説明

図1は、実施例の積算電力量とパーティクルの発生状況を示す相関図である。

図2は、比較例1の積算電力量とパーティクルの発生状況を示す相関図である。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

### 発明の実施の形態

本発明の、スパッタリング用チタンターゲットは、該ターゲットに含有する酸素が20 ppm以下であり、さらに該ターゲットの最大結晶粒径が20  $\mu$ m以下である。含有する酸素が20 ppmを超え、該ターゲットの最大結晶粒径が20  $\mu$ mを超えると後述するように、スパッタリングの進行と共に、次第にパーティクルの発生が増大してくる。

従来は、酸素含有量を低減させると結晶粒径が粗大化する傾向があるため、双方を厳密に調整することがなされていなかった。しかし、本発明において、このように、酸素含有量の低減と結晶粒径の粗大化防止が、パーティクル発生防止に特に有効であるとの知見が得られた。

さらに、チタンターゲットに存在する酸素以外の窒素、水素等のガス成分も酸素と同様の挙動を示すので、酸素、窒素、水素等のガス成分不純物濃度の総量において、20 ppm以下であることが望ましい。

また、チタンターゲットの酸素、窒素、水素等のガス成分不純物濃度が20 ppm以下である場合には、ヴィッカース硬度(Vs)が120以下であり、軟質な膜が形成できる。因みに通常の高純度チタンターゲットのヴィッカース硬度(Vs)は150であり、著しい硬度の低下が認められる。

高純度チタンを製造するには、熔融塩電解において、使用する塩を十分乾燥し(真空乾燥脱水、温度300°C以上)、さらに原料等は乾燥雰囲気中に保管する。

また、熔融塩電解における雰囲気も不活性雰囲気とし、外気の流入がないようにする。できれば、電析Tiの取出し時等でのバルブの開閉時に大気の混入が懸念されるため、できるだけ湿度を30%以下の雰囲気で作業を実施する。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

さらに電解時には、初期カソード電流密度を低電流密度である  $0.6 \text{ A/cm}^2$  以下にして行う。これにより、酸素  $20 \text{ ppm}$  以下の電析  $\text{Ti}$  を得ることができる。

電解温度は  $600 \sim 800^\circ \text{C}$  とする。 $600^\circ \text{C}$  未満では電析  $\text{Ti}$  がスポンジ状になり、酸素が増大する。また  $800^\circ \text{C}$  を超えるとルツボ材質等の劣化、塩の蒸発が多くなり、生産性が悪くなる。

また、原料から得られる電析  $\text{Ti}$  は  $80\%$  (収率) 以下が好ましい。これ以上では、酸素等の不純物の増大を招く。

このようにして得た電析  $\text{Ti}$  を純水洗浄し (酸洗浄は表面が酸化するため好ましくない)、乾燥後、真空中又は不活性雰囲気中に保管し、その後乾燥雰囲気でプレスして、これをさらに  $\text{EB}$  (電子ビーム) 溶解する。これにより、 $\text{EB}$  溶解時の酸素増大をあまり招くことなく、 $20 \text{ ppm}$  以下に抑えることができる。

次に、このように厳密な成分コントロールを行った酸素濃度  $20 \text{ ppm}$  以下の  $\text{EB}$  溶解インゴットに対して、該インゴットの不均一かつ粗大化した鑄造組織を破壊し均一微細化するために、動的な再結晶化が起こる  $700^\circ \text{C}$  以上、好ましくは  $800 \sim 950^\circ \text{C}$  で熱間鍛造又は熱間押出し等の熱間塑性加工を施してビレットを作製する。

このようにして得たビレットに対して、冷間鍛造又は冷間押出し等の冷間塑性変形を繰返し実行し、高歪をビレットに付与することにより、最終的にターゲットの結晶組織を  $20 \mu\text{m}$  以下の均一微細組織にする。

次に、このビレットを切断し、ターゲット体積に相当するプリフォームを作製する。このプリフォームにさらに冷間鍛造又は冷間押出し等の冷間塑性加工を行って高歪を付与しかつ円板形状等のターゲットに加工する。

さらに、このように高い歪を蓄えた加工組織をもつターゲットを、流動床炉等を用いて急速昇温し、 $400 \sim 500^\circ \text{C}$  で短時間の熱処理を行う。これによって、 $20 \mu\text{m}$  以下の微細な再結晶組織をもつターゲットを得る。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## 実施例

次に、本発明の実施例について説明する。なお、本実施例はあくまで1例であり、この例に制限されるものではない。すなわち、本発明の技術思想の範囲に含まれる実施例以外の態様あるいは変形を全て包含するものである。

高純度チタンの製造に際しては、まず電解浴として塩化ナトリウム (NaCl) - 塩化カリウム (KCl) 浴の塩化物浴を使用した。

この電解浴は使用に先立ち、 $500^{\circ}\text{C}$ で20hr、十分真空乾燥脱水を行った。電解槽及びその周辺機器には耐食性に富むニッケルを使用し、不純物の混入及び汚染防止を図った。

電解温度 $740^{\circ}\text{C}$ 、カソード初期電流密度 $0.3\text{A}/\text{cm}^2$ 、Ar雰囲気下で電解した。

これにより得た電析Tiを純水洗浄し、乾燥脱水後、湿度10%以下の雰囲気下でプレスした。

上記の後、電子ビーム溶解する。熔融塩電解によってアルカリ金属元素は増えるが、この電子ビーム溶解により大きく減少させることができるので、特に問題となることはない。またこれによって、水素等のガス成分の不純物を大幅に低減させることができる。この工程で、酸素の上昇を極力抑える必要があり、高真空下で実施する。

放射性元素のU、Thは電解の際に浴中に濃縮するので、電解析出チタンの不純物としてはさらに減少する。次に、EB溶解インゴットを鍛造、圧延し、急速熱処理を $400\sim 500^{\circ}\text{C}$ で行った。

上記の工程の厳密な成分コントロール等により、酸素の濃度を20ppm以下とし、さらに材料の平均結晶粒径を $20\mu\text{m}$ 以下とした。これをターゲット形状に加工した後、実生産機を用いてスパッタリングし、その積算電力量 (Accumulated Power) とパーティクルの発生状況を観察した。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2001年5月31日 (31.05.2001)

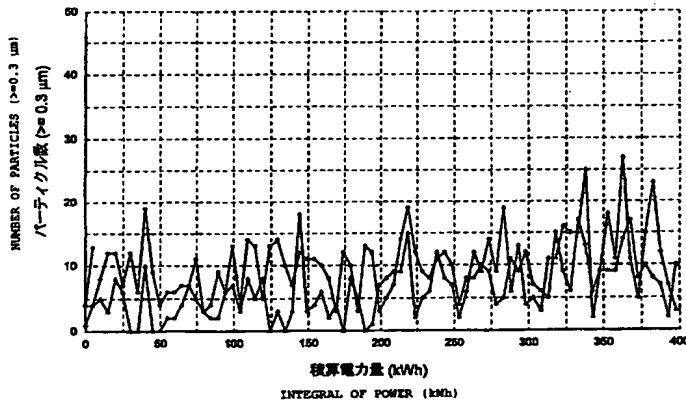
PCT

(10) 国際公開番号  
WO 01/38598 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C23C 14/34 (72) 発明者; および  
(21) 国際出願番号: PCT/JP00/07411 (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 福世秀秋 (FUKUYO, Hideaki) [JP/JP], 新藤裕一朗 (SHINDO, Yuichiro) [JP/JP], 高橋秀行 (TAKAHASHI, Hideyuki) [JP/JP]; 〒319-1535 茨城県北茨城市華川町日場187番地4 株式会社 日鉱マテリアルズ 磯原工場内 Ibaraki (JP).  
(22) 国際出願日: 2000年10月24日 (24.10.2000)  
(25) 国際出願の言語: 日本語  
(26) 国際公開の言語: 日本語  
(30) 優先権データ: 1999年11月22日 (22.11.1999) JP (81) 指定国 (国内): JP, KR, US.  
特願平 11-331073  
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社 日鉱マテリアルズ (NIKKO MATERIALS COMPANY, LIMITED) [JP/JP]; 〒105-8407 東京都港区虎ノ門二丁目10番1号 Tokyo (JP).  
添付公開書類:  
— 国際調査報告書  
2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: TITANIUM TARGET FOR SPUTTERING

(54) 発明の名称: スパッタリング用チタンターゲット



(57) Abstract: A titanium target for sputtering, characterized in that it contains oxygen in an amount of 20 ppm or less and it has a maximum grain diameter of 20  $\mu\text{m}$  or less. The target allows a sputtering being substantially free from the formation of particles or the occurrence of an abnormal discharge phenomenon, is reduced in the content of contaminants, and is soft.

(57) 要約:

スパッタリング用チタンターゲットに含有する酸素の不純物濃度が20 ppm以下、該ターゲットの最大結晶粒径が20  $\mu\text{m}$ 以下であるスパッタリング用チタンターゲットに関し、パーティクルや異常放電現象が発生せず、汚染物質が少なく、かつ軟質のスパッタリング用チタンターゲットを提供する。

WO 01/38598 A1

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## 明 細 書

## スパッタリング用チタンターゲット

## 技術分野

本発明は、スパッタリング用チタンターゲットに含有する酸素、窒素、水素等のガス成分の不純物濃度を著しく低減させ、成膜時のパーティクルの発生を効果的に抑えることのできる高品質のスパッタリング用チタンターゲットに関する。

なお、本明細書中に記載する酸素、窒素、水素等のガス成分の不純物濃度については全てmass %で表示する。

## 背景技術

近年、半導体の飛躍的な進歩に端を発して様々な電子機器が生まれ、さらにその性能の向上と新しい機器の開発が日々刻々なされている。

このような中で、電子、デバイス機器がより微小化し、かつ集積度が高まる方向にある。これら多くの製造工程の中で多数の薄膜が形成されるが、チタンもその特異な金属的性質からチタン及びその合金膜、チタンシリサイド膜、あるいは窒化チタン膜などとして、多くの電子機器薄膜の形成に利用されている。

このようなチタン（合金、化合物を含む）の薄膜を形成する場合に、注意を要することは、それ自体が極めて高い純度を必要とすることである。

半導体装置等に使用される薄膜派は一層薄くかつ短小化される方向にあり、相互間の距離が極めて小さく集積密度が向上しているために、薄膜を構成する物質あるいはその薄膜に含まれる不純物が隣接する薄膜に拡散するという問題が発生する。これにより、自膜及び隣接膜の構成物質のバランスが崩れ、本来所有していなければならない膜の機能が低下するという大きな問題が起こる。

このような薄膜の製造工程において、数百度に加熱される場合があり、また半導体装置を組み込んだ電子機器の使用中でも温度が上昇する。このような温度上昇は前記物質の拡散速度をさらに上げ、拡散による電子機器の機能低下に大きな問題を生ずることとなる。

また、一般に上記のチタン及びその合金膜、チタンシリサイド膜、あるいは窒化チタン膜等はスパッタリングや真空蒸着などの物理的蒸着法により形成することができる。この中で最も広範囲に使用されているスパッタリング法について説明する。このスパッタリング法は陰極に設置したターゲットに、 $Ar^{+}$ などの正イオンを物理的に衝突させてターゲットを構成する金属原子をその衝突エネルギーで放出させる手法である。

窒化物を形成するにはターゲットとしてチタンまたはその合金（TiAl合金など）を使用し、アルゴンガスと窒素の混合ガス雰囲気中でスパッタリングすることによって形成することができる。

このスパッタリング膜の形成に際して、チタン（合金・化合物を含む）ターゲットに不純物が存在すると、スパッタチャンバ内に浮遊する粗大化した粒子が基板上に付着して薄膜回路を断線または短絡させたり、薄膜の突起物の原因となるパーティクルの発生量が増し、またガス成分である酸素、水素、窒素等が存在するとスパッタリング中に、該ガスによる突発が原因と考えられる異常放電を起こし、均一な膜が形成されないという問題が発生する。

このようなことから、従来不純物となる遷移金属、高融点金属、アルカリ金属、アルカリ土類金属またはその他の金属を低減させる必要があることはいうまでもないが、これらの元素を可能な限り低減させても上記のようなパーティクルの発生があり、根本的な解決策を見出していないのが現状である。

また、チタン薄膜は窒化チタンTi—N膜を形成する場合のパーティクル発生防止用ペースティング層として使用することがあるが、膜が硬くて十分な接着強度が得られず、成膜装置内壁または部品から剥がれてしまいペースティング層としての役割をせず、パーティクル発生原因となるという問題があった。

#### 発明の開示

本発明は、上記の諸問題点の解決、特にパーティクルや異常放電現象が発生せず、汚染物質が少なく、かつ軟質のスパッタリング用チタンターゲットを提供することを目的としたものである。

本発明は、1) スパッタリング用チタンターゲットに含有する酸素が20 ppm以下であり、該ターゲットの平均結晶粒径が20 μm以下であることを特徴とするスパッタリング用チタンターゲット、2) スパッタリング用チタンターゲットに含有する酸素、窒素、水素等のガス成分の不純物濃度が20 ppm以下であることを特徴とするスパッタリング用チタンターゲット、3) ヴィッカーズ硬度(Vs)が120以下であることを特徴とする1) 又は2) に記載のスパッタリング用チタンターゲット、4) Na、K等のアルカリ金属、アルカリ土類金属の総含有量が5 ppm以下、重金属および軽金属の総含有量が10 ppm以下、U、Th等の放射性元素の総含有量が1 ppb以下であることを特徴とする1) ～3) のそれぞれに記載のスパッタリング用チタンターゲット、を提供する。

#### 図面の簡単な説明

図1は、実施例の積算電力量とパーティクルの発生状況を示す相関図である。

図2は、比較例1の積算電力量とパーティクルの発生状況を示す相関図である。

### 発明の実施の形態

本発明の、スパッタリング用チタターゲットは、該ターゲットに含有する酸素が20 ppm以下であり、さらに該ターゲットの最大結晶粒径が20  $\mu$ m以下である。含有する酸素が20 ppmを超え、該ターゲットの最大結晶粒径が20  $\mu$ mを超えると後述するように、スパッタリングの進行と共に、次第にパーティクルの発生が増大してくる。

従来は、酸素含有量を低減させると結晶粒径が粗大化する傾向があるため、双方を厳密に調整することがなされていなかった。しかし、本発明において、このように、酸素含有量の低減と結晶粒径の粗大化防止が、パーティクル発生防止に特に有効であるとの知見が得られた。

さらに、チタターゲットに存在する酸素以外の窒素、水素等のガス成分も酸素と同様の挙動を示すので、酸素、窒素、水素等のガス成分不純物濃度の総量において、20 ppm以下であることが望ましい。

また、チタターゲットの酸素、窒素、水素等のガス成分不純物濃度が20 ppm以下である場合には、ヴィッカース硬度(Vs)が120以下であり、軟質な膜が形成できる。因みに通常の高純度チタターゲットのヴィッカース硬度(Vs)は150であり、著しい硬度の低下が認められる。

高純度チタンを製造するには、熔融塩電解において、使用する塩を十分乾燥し(真空乾燥脱水、温度300°C以上)、さらに原料等は乾燥雰囲気中に保管する。

また、熔融塩電解における雰囲気も不活性雰囲気とし、外気の流入がないようにする。できれば、電析Tiの取出し時等でのバルブの開閉時に大気の混入が懸念されるため、できるだけ湿度を30%以下の雰囲気で作業を実施する。

さらに電解時には、初期カソード電流密度を低電流密度である  $0.6 \text{ A/cm}^2$  以下にして行う。これにより、酸素  $20 \text{ ppm}$  以下の電析  $\text{Ti}$  を得ることができる。

電解温度は  $600 \sim 800^\circ \text{C}$  とする。 $600^\circ \text{C}$  未満では電析  $\text{Ti}$  がスポンジ状になり、酸素が増大する。また  $800^\circ \text{C}$  を超えるとルツボ材質等の劣化、塩の蒸発が多くなり、生産性が悪くなる。

また、原料から得られる電析  $\text{Ti}$  は  $80\%$  (収率) 以下が好ましい。これ以上では、酸素等の不純物の増大を招く。

このようにして得た電析  $\text{Ti}$  を純水洗浄し (酸洗浄は表面が酸化するため好ましくない)、乾燥後、真空中又は不活性雰囲気中に保管し、その後乾燥雰囲気でプレスして、これをさらに  $\text{EB}$  (電子ビーム) 溶解する。これにより、 $\text{EB}$  溶解時の酸素増大をあまり招くことなく、 $20 \text{ ppm}$  以下に抑えることができる。

次に、このように厳密な成分コントロールを行った酸素濃度  $20 \text{ ppm}$  以下の  $\text{EB}$  溶解インゴットに対して、該インゴットの不均一かつ粗大化した鑄造組織を破壊し均一微細化するために、動的な再結晶化が起こる  $700^\circ \text{C}$  以上、好ましくは  $800 \sim 950^\circ \text{C}$  で熱間鍛造又は熱間押し等の熱間塑性加工を施してピレットを作製する。

このようにして得たピレットに対して、冷間鍛造又は冷間押し等の冷間塑性変形を繰返し実行し、高歪をピレットに付与することにより、最終的にターゲットの結晶組織を  $20 \mu\text{m}$  以下の均一微細組織にする。

次に、このピレットを切断し、ターゲット体積に相当するプリフォームを作製する。このプリフォームにさらに冷間鍛造又は冷間押し等の冷間塑性加工を行って高歪を付与しかつ円板形状等のターゲットに加工する。

さらに、このように高い歪を蓄えた加工組織をもつターゲットを、流動床炉等を用いて急速昇温し、 $400 \sim 500^\circ \text{C}$  で短時間の熱処理を行う。これによって、 $20 \mu\text{m}$  以下の微細な再結晶組織をもつターゲットを得る。

## 実施例

次に、本発明の実施例について説明する。なお、本実施例はあくまで1例であり、この例に制限されるものではない。すなわち、本発明の技術思想の範囲に含まれる実施例以外の態様あるいは変形を全て包含するものである。

高純度チタンの製造に際しては、まず電解浴として塩化ナトリウム (NaCl) - 塩化カリウム (KCl) 浴の塩化物浴を使用した。

この電解浴は使用に先立ち、 $500^{\circ}\text{C}$ で20hr、十分真空乾燥脱水を行った。電解槽及びその周辺機器には耐食性に富むニッケルを使用し、不純物の混入及び汚染防止を図った。

電解温度 $740^{\circ}\text{C}$ 、カソード初期電流密度 $0.3\text{A}/\text{cm}^2$ 、Ar雰囲気下で電解した。

これにより得た電析Tiを純水洗浄し、乾燥脱水後、湿度10%以下の雰囲気下でプレスした。

上記の後、電子ビーム溶解する。熔融塩電解によってアルカリ金属元素は増えるが、この電子ビーム溶解により大きく減少させることができるので、特に問題となることはない。またこれによって、水素等のガス成分の不純物を大幅に低減させることができる。この工程で、酸素の上昇を極力抑える必要があり、高真空下で実施する。

放射性元素のU、Thは電解の際に浴中に濃縮するので、電解析出チタンの不純物としてはさらに減少する。次に、EB溶解インゴットを鍛造、圧延し、急速熱処理を $400\sim 500^{\circ}\text{C}$ で行った。

上記の工程の厳密な成分コントロール等により、酸素の濃度を20ppm以下とし、さらに材料の平均結晶粒径を $20\mu\text{m}$ 以下とした。これをターゲット形状に加工した後、実生産機を用いてスパッタリングし、その積算電力量 (Accumulated Power) とパーティクルの発生状況を観察した。



その結果を図1に示す。パーティクルは8インチウエハー上、 $0.3\mu\text{m}$ 以上のものをカウントした。

スパッタリング初期の段階から積算電力量400kWhに至るまで、パーティクルの発生がやや増えるものの、パーティクルの発生が低く抑えられ殆ど変わらない状態で推移しているのが分かる。酸素濃度と結晶粒径の双方をコントロールすることにより、パーティクルの発生を効果的に抑制できた。

#### 比較例1

次に、酸素の含有量が200ppmであり、ターゲットの最大結晶粒径が $100\mu\text{m}$ であるスパッタリングターゲットを用い、同様に実生産機を用いてスパッタリングし、その積算電力量とパーティクルの発生状況を観察した。その結果を図2に示す。

スパッタリング初期の段階から積算電力量150kWhに至るまでは比較的パーティクルは低く抑えられているが、数箇所突発的なパーティクル発生が観察された。その後250kWhに至るまでにパーティクルの発生が急速に増大し、また不安定になった。

#### 比較例2

酸素の含有量が30ppmであり、ターゲットの最大結晶粒径が $15\mu\text{m}$ であるスパッタリングターゲットを用い、実施例1同様に実生産機を用いてスパッタリングし、その積算電力量とパーティクルの発生状況を観察した。

スパッタリング初期の段階から積算電力量150kWhに至るまではパーティクルは低く抑えられており、突発的なパーティクル発生も観察されなかった。その後300kWh付近からパーティクルが徐々に増大し、一般的なパーティクルの上限値である $0.3\mu\text{m}$ 以上のパーティクル30個を300kWh時点で超えた。

### 比較例 3

酸素の含有量が 10 ppm であり、ターゲットの最大結晶粒径が 100  $\mu\text{m}$  であるスパッタリングターゲットを用い、実施例 1 同様に実生産機を用いてスパッタリングし、その積算電力量とパーティクルの発生状況を観察した。

スパッタリング初期から積算電力量 250 kWh に至るまではパーティクルは低く抑えられていたが、突発的なパーティクル発生が途中数箇所観察された。その後 250 kWh 付近で突発的なパーティクルが発生した後、パーティクルは徐々に増大し、一般的なパーティクルの上限値である 0.3  $\mu\text{m}$  以上のパーティクル 30 個を 300 kWh 時点で超えた。

このように、酸素の増加と結晶の粗大化により著しいパーティクルの発生現象がみられた。特に、結晶粒径が大きくなるとスパッタリング中に粗大なチタン粒子が基になって、パーティクルの発生が多く観察された。

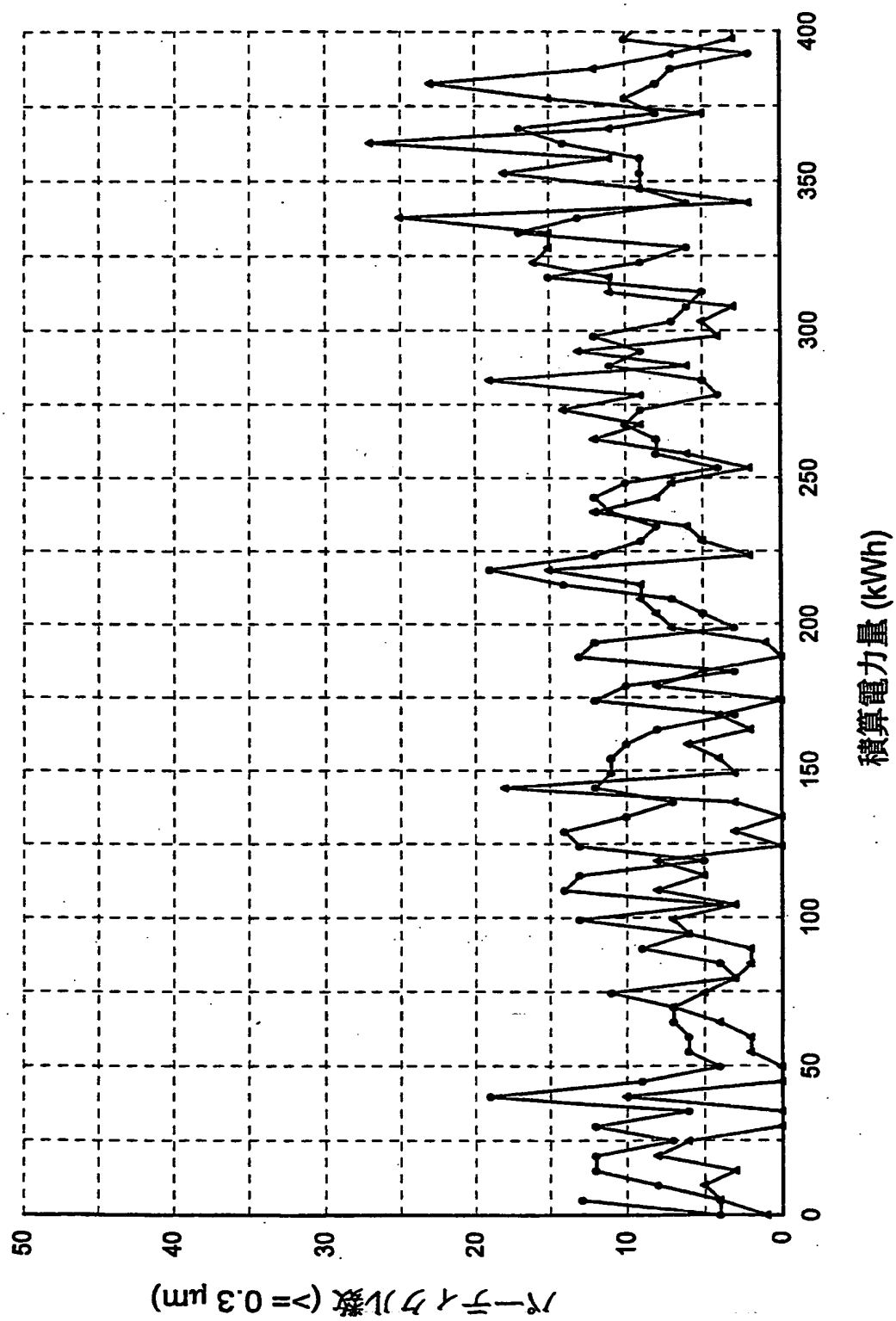
### 産業上の利用可能性

酸素、窒素、水素等のガス成分の不純物濃度を著しく低減させ、かつ最大結晶粒径が 20  $\mu\text{m}$  以下である高純度チタンターゲットを用いてスパッタリングすることにより、スパッタリング中のパーティクルの発生個数を著しく減少させることができるという優れた特徴を有し、電子機器等の薄膜の形成に有用なスパッタリング用チタンターゲットを提供する。

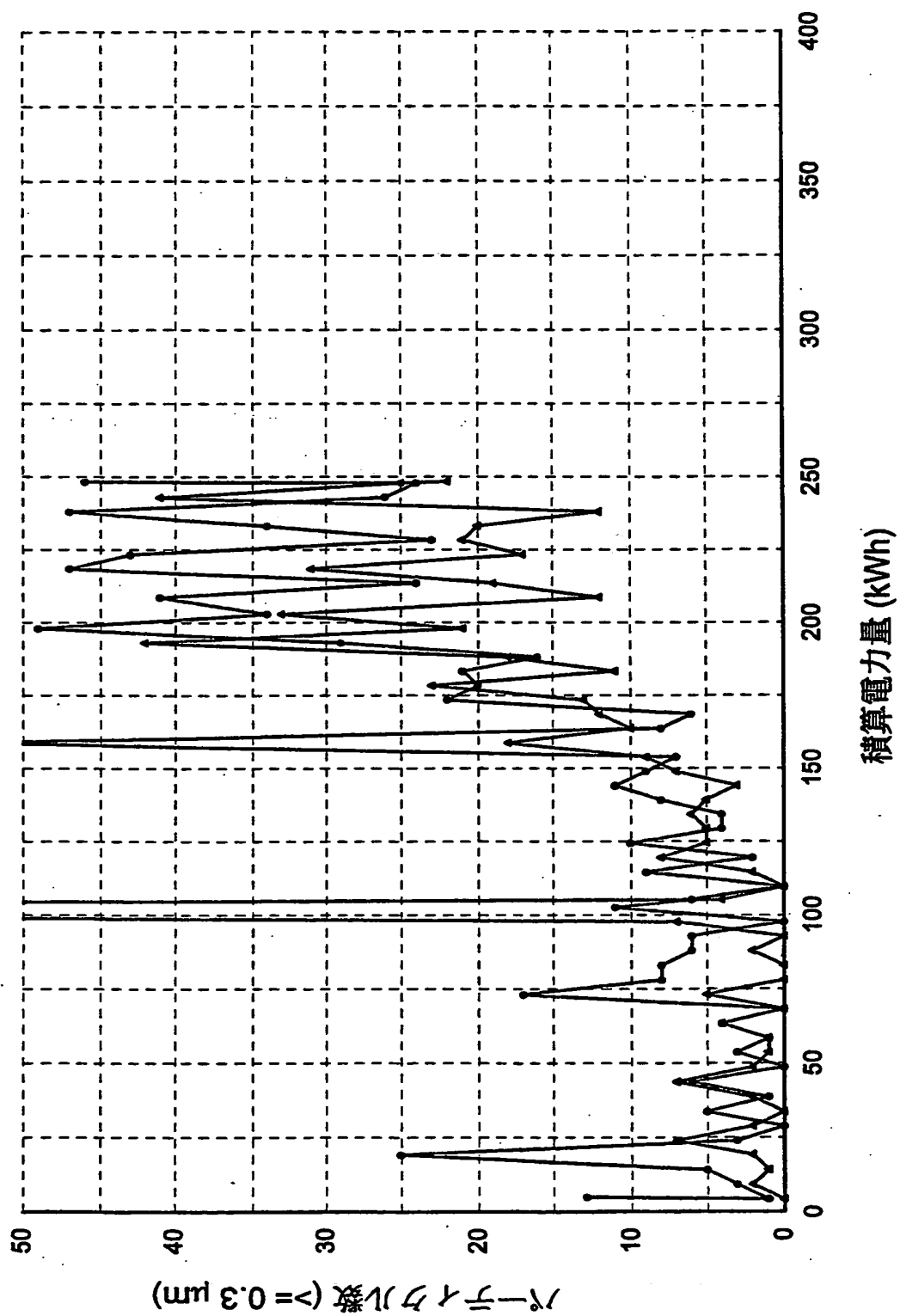
## 請 求 の 範 囲

1. スパッタリング用チタンターゲットに含有する酸素が20 ppm以下であり、該ターゲットの平均結晶粒径が20  $\mu$ m以下であることを特徴とするスパッタリング用チタンターゲット。
2. スパッタリング用チタンターゲットに含有する酸素、窒素、水素等のガス成分の不純物濃度が20 ppm以下であることを特徴とするスパッタリング用チタンターゲット。
3. ヴィッカース硬度 (V s) が120以下であることを特徴とする請求項1又は2に記載のスパッタリング用チタンターゲット。
4. Na、K等のアルカリ金属、アルカリ土類金属の総含有量が5 ppm以下、重金属および軽金属の総含有量が10 ppm以下、U、Th等の放射性元素の総含有量が1 ppb以下であることを特徴とする請求項1～3のそれぞれに記載のスパッタリング用チタンターゲット。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



THIS PAGE (SPTO)



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/07411

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> C23C14/34

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>7</sup> C23C14/00-14/58

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
JOIS[CLYSTALLINE PARTICLE SIZE\*TARGET] (in Japanese)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 6-280009, A (Mitsubishi Materials Corporation) 04 October, 1994 (04.10.94) Claim 1; example 1 (Family: none)	1-4
Y	JP, 11-229130, A (Materials Res. Corp.), 24 August, 1999 (24.08.99) Claim 3 (Family: none)	1-4
Y	Toshiba Gijutsu Kokai shu, Vol.13, No.79, (October 1995) Takenori UMEKI, "Sputtering Target," pp.43-46	3, 4
Y	JP, 62-280335, A (Toshiba Corporation) 05 December, 1987 (05.12.87) Claims 1,2 (Family: none)	4
Y	JP, 10-8245, A (Sumitomo Sitix Corporation) 13 January, 1998 (13.01.98) Claims 1; Par. Nos. 32,33,34; Table 1 (Family: none)	4 2
Y	EP, 0408383, A1 (KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA), 16 January, 1991 (16.01.91), Claim 1; page 3, lines 24 to 33	4

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
16 January, 2001 (16.01.01)

Date of mailing of the international search report  
30 January, 2001 (30.01.01)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/07411

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	& JP, 7-240391, A (Toshiba Corporation), 12 September, 1995 (12.09.95) Claim 1, Par. No. 13 & US, 5204057, A	

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
Int. C 23 C 14 / 34

B. 調査を行った分野  
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))  
Int. C 23 C 14 / 00-14 / 58

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの  
日本国実用新案公報 1926-1996年  
日本国公開実用新案公報 1971-2000年  
日本国登録実用新案公報 1994-2000年  
日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)  
JOIS [結晶粒径\*ターゲット]

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 6-280009, A (三菱マテリアル株式会社) 04. 10月. 1994 (04. 10. 94) 請求項 1, 実施例 1 (ファミリーなし)	1-4
Y	JP 11-229130, A (マテリアルズ リサーチ コーポレーション) 24. 8月. 1999 (24. 08. 99) 請求項 3 (ファミリーなし)	1-4
Y	東芝技術公開集, 第13巻, 第79号, (10月. 1995) 梅木武則「スパッタリングターゲット」p. 43-46	3, 4

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

\* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日  
16. 01. 01

国際調査報告の発送日  
30.01.01

国際調査機関の名称及びあて先  
日本国特許庁 (ISA/J P)  
郵便番号 100-8915  
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)  
瀬良 聡機



4G 9046

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 62-280335, A (株式会社 東芝) 05. 12月. 1987 (05. 12. 87) 請求項1, 2 (ファミリーなし)	4
Y A	JP 10-8245, A (住友シチックス株式会社) 13. 1月. 1998 (13. 01. 98) 請求項1, 段落番号32, 33, 34, 表1 (ファミリーなし)	4 2
Y	EP, 0408383, A1 (KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA) 16. 1月. 1991 (16. 01. 91) Claims 1, 第3頁第24~33行 & JP, 7-240391, A (株式会社 東芝) 12. 9月. 1995 (12. 09. 95) 請求項1, 段落番号13 & US, 5204057, A	4